MUTU DAN CARA UJI
ZAT LEMAS

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi definisi, klasifikasi, syarat mutu, cara pengambilan contoh, cara uji, cara pengemasan dan syarat penandaan zat lemas (Nitrogen).

2. DEFINISI

Zat lemas (Nitrogen) dengan rumus Kimia N_2 menurut sifat physisnya dapat berbentuk gas atau cair dalam keadaan suhu dan tekanan normal akan berwujud gas yang tidak berwarna dan tidak berbau.

3. KLASIFIKASI

Zat lemas (Nitrogen) menurut tujuan penggunaan diklasifikasikan dalam 2 jenis yaitu :

Jenis I : zat lemas mutu untuk industri.

Jenis II : zat lemas dengan kadar oksigen rendah.

4. SYARAT MUTU

Masing-masing jenis zat lemas harus memenuhi syarat-syarat seperti tercantum dalam tabel di bawah ini :

UNSUR	JENIS I	JENIS II
— Zat lemas	99,5% vol. minimum	99,99% vol. minimum
— Oksigen	0,5% vol. maksimum	10 Vpm maksimum
— Hidrogen	20 Vpm	10 Vpm maksimum
— Karbon dioksida sebagai senyawa karbon	10 Vpm	10 Vpm maksimum
— Kadar air	—	60 Vpm maksimum

Keterangan :

Kadar Nitrogen didapatkan sebagai hasil pengurangan (by difference) dengan kadar-kadar impurities yang ditentukan dalam pengujian.

5. CARA PENGAMBILAN CONTOH

Contoh harus diambil secara acak dari kelompok yang dinilai.
Cara-cara pengambilan contoh harus memenuhi syarat-syarat yang ditentukan dalam standar ini.
Jumlah contoh yang harus diambil serta maksimum kegagalan contoh untuk meluluskan kelompok harus memenuhi syarat-syarat dalam Tabel pengambilan contoh dan syarat pelulusan.
Setiap contoh dari setiap botol hasil dari pengambilan contoh harus diuji secara terpisah.

Apabila di dalam penilaiannya kelompok botol yang dinilai tidak memenuhi syarat pelulusan maka pengambilan contoh dan penilaiannya dapat diulang kembali dengan persyaratan-persyaratan yang sama.
Pengambilan contoh dan pengujian ulang menentukan.

Tabel
Pengambilan contoh dan syarat pelulusan

Kelompok (Lot) botol (N)	Contoh (min) yang diambil dari N botol (N)	Maksimum kegagalan contoh untuk meluluskan kelompok
3 — 8	3	0
9 — 15	3	0
16 — 25	3	0
26 — 40	3	0
41 — 65	4	1
66 — 110	5	2
111 — 180	7	2
181 — 300	10	4
301 — 500	15	7
diatas 500	20	8

6. CARA UJI

6.1 Penetapan kadar Oksigen dalam gas Nitrogen, Jenis I.

6.1.1 Dasar/Garis besar

Pengukuran berkurangnya volume yang terjadi bila oksigen diserap secara selektif dalam suatu pereaksi cair.
Semua pengukur selama pekerjaan analisa dilakukan pada tekanan dan suhu yang konstan menggunakan pesawat orsat.

6.1.2 Alat dan Pereaksi

6.1.2.1 Alat yang dipergunakan seperti dalam gambar terlampir, wadah penyerap adalah G3 sedang G1, G2 dan G4 tidak dipergunakan. Semua alat gelas dirangkai dari gelas yang jernih tanpa garis cacad dan mengalami proses annealing yang cukup baik.
Semua tabung kapiler berukuran diameter luar antara 7—8 mm dengan lubang berukuran antara 1,5 — 2,0 mm. Semua sumbat harus kualitet terbaik dengan lubang katup 2 ± 2,0 mm.

6.1.2.2 Selimut air, terdiri dari tabung gelas dengan ukuran :

Panjang seluruhnya	340 ± 2 mm
Diameter luar	52 — 56 mm
Tebal dinding	1,5 — 2,5 mm
Lubang	49 mm

Buret dipasang pada selimut air ini menggunakan sumbat berlubang yang tembus air.
(by means of suitably bored watertight bungs).

6.1.2.3 Botol perata permukaan

Botol perata permukaan A dengan kapasitas 125 ml dilengkapi dengan pipa penyambung di bagian bawahnya, sehingga dapat disambungkan pipa karet.

6.1.2.4 Keran H yang menghubungkan buret dengan wadah penyerap dibuat menurut ukuran seperti gambar terlampir.

6.1.2.5 Wadah penyerap G1, G2, G3, dan G4 dibuat menurut ukuran seperti gambar terlampir dengan kapasitas bersih 110–115 ml.
Setiap wadah diisi dengan potongan tabung gelas, yang dipasang tegak. Pada bawahnya dipasang alas yang berlubang-lubang untuk mencegah adanya penyumbatan oleh tabung-tabung gelas di atas. Ujung-ujung terbuka dari wadah penyerap tersebut ditutup dengan sumbat karet yang telah dilengkapi tabung kapiler.

6.1.3 Pereaksi

6.1.3.1 Larutan khrom khlorida asam

Larutan 100 gram chromic chlorida hexahydrate $Cr\ Cl_2\ 6H_2O$ dalam 260 ml air dan tambah 40 ml asam hidrokhlorida pekat d = 1,18. Masukkan ke dalam botol pereaksi 400 ml tambah 8 gram amalga malted zinc yang disiapkan seperti pada 2.2.2 dan tutup botol tersebut dengan sumbat karet. Goyangkan botol tersebut.

6.1.3.2 Amalgameted zinc disiapkan dengan melarutkan 200 gram mercuricnitrate $Hg(NO_3)_2$.
H_2O dalam 900 ml air, dengan penambahan asam nitrat pekat secukupnya sampai larutan jernih. Dalam corong pemisah 2000 ml butiran seng sebanyak 1000 gram ditutup dengan larutan tersebut di atas dan didiamkan selama 15–20 menit dan sering-sering digoyang. Larutan dikeluarkan dan dicuci dengan air, sampai cucian tidak lagi keruh.
Simpan amalgameted zinc di dalam air.

6.1.4 Cara Kerja

6.1.4.1 Penyiapan alat

Semua komponen gelas dibersihkan benar-benar. Aparat dirangkai seperti pada gambar, setiap komponen dirangkai menggunakan selang karet atau selang plastik. Botol perata permukaan dipasang pada bagian bawah buret menggunakan selang yang cukup panjang untuk memungkinkan menaik turunkan botol tersebut.
Lumasi semua keran menggunakan gemuk yang cocok untuk keran vacum (silicone grease kurang cocok).
Harus hati-hati agar gemuk jangan sampai masuk lubang kaplier.
Botol perata diisi dengan asam sulfat 2N yang telah disiapkan di atas dan permukaannya ditutup dengan parafin cair.
(Parafin cair jangan sampai masuk ke tabung penyerap).

—Uji alat tersebut terhadap adanya kebocoran dengan mengisi buret dengan cairan asam sulfat 2N, tutup kran D dan rendahkan botol perata tersebut. Pada saat dibiarkan permukaan cairan asam sulfat 2N tidak turun.

—Isi wadah penyerap G3 dengan 200 ml larutan khrom khlorida asam dan atur permukaannya sampai tanda B dengan mengaturnya menggunakan botol perata.

—Putaran kertas D untuk menghubungkan dengan udara luar dan isi buret E dengan cairan asam sulfat 2N dengan menaik turunkan botol perata permukaan A. Kran D ditutup.

—Dengan menurunkan botol perata permukaan A dan B dengan membuka keran yang bersangkutan pereaksi dalam wadah G2 didorong sampai tanda B.

Catatan :

Pada saat memindahkan gas ke atau dari wadah penyerap, harus hati-hati sekali agar pereaksi jangan sampai terdorong di atas tanda B.
Bila pada suatu saat pereaksi naik sampai di atas keran F, maka penguji dihentikan dan keran H dicuci dulu dengan air, cairan perata harus selalu asam.

6.1.4.2 Penetapan

Pemasukan contoh
Hubungkan gas yang akan diperiksa ke kran D dan masukkan contoh ke dalam buret E dengan merendahkan botol perata A. Keluarkan dengan menaikkan botol A dan memutar keran D. Alat tersebut bertindak sebagai pompa pengambil contoh, dan proses pemasukan dan pengeluaran contoh gas selalu dilakukan berulang-ulang sampai pipa contoh dan alat, bebas dari udara dan penuh dengan gas yang akan dianalisa. Demikian juga bila contoh gas tekanannya cukup rendah, harus diusahakan agar keran D jangan bocor dan menyebabkan hubungan dengan atmosfir.
Rendahkan botol A di bawah garis nol pada buret E dan masukkan gas lebih dari 100 ml dan kran D ditutup.
Letakkan botol A sehingga permukaan cairan asam sulfat 2N sejajar dengan garis nol dari buret, dan ulangi membuka keran D untuk membuang gas ke atmosfir sampai permukaan cairan dalam buret nol. Keran D ditutup selama analisa.

Penyerapan Oksigen
Buka keran F_2 dan pindahkan gas pelan-pelan ke dan dari wadah penyerap G_2 dengan menaikkan dan menurunkan botol A. Setelah tiga ulangan, tarik pereaksi ke tanda B dan tutup keran F_2.
Sesuai kedudukan botol A sehingga permukaan cairan sama tinggi dengan permukaan cairan pada buret E dan hasil pembacaan dicatat.
Ulangi pemindahan gas ke dan dari wadah penyerap sampai pembacaan buret konstan.

Cara menyatakan hasil
Kadar oksigen dihitung dalam persen volume menggunakan rumus :

$$V_1 - V_2$$

Di mana V_1 adalah pembacaan buret sebelum penyerapan oksigen, dalam ml.
V_2 adalah pembacaan buret setelah penyerapan oksigen, dalam ml.

6.2 Penetapan kadar Hidrogen dalam gas Nitrogen

6.2.1 Dasar/Garis besar

Contoh dilakukan pada Palladous chloride yang dipanasi, sehingga hidrogen yang ada berubah menjadi hidro khlorida, yang selanjutnya diserap oleh larutan disodium tetraborate.
Kelebihan disodium tetraborate ditetapkan dengan titrasi menggunakan larutan asam khlorida standar.

6.2.2 Alat dan Pereaksi

6.2.2.1 Alat seperti terlihat adalam gambar 7 terdiri dari :

—Buble tube A, diisi dengan air.

—Combution tube B, panjang 250 mm diisi dengan kupri oksida dan dipasang pada pemanas listrik yang suhunya dapat diatur 240 – 260°C.

—Drying tube C, panjang 250 mm, diisi dengan Aluminium oxide yang telah diaktifkan.

—Buble tube D, diisi dengan air.

—Tube E, panjang 250 mm, diisi dengan mangan-oksida.

—Absorption tube F, tinggi 50 mm, diameter dalam dari lengan yang besar 8 mm dilengkapi keran T_5 dan T_6, diisi dengan Palladons chloride dan dipasang pada pemanas listrik yang suhunya dapat diatur pada 180 – 200°C.

—Trap G

—Spiral absorber H yang ukurannya tertera dalam gambar 8.

—Integral wet gas meter.
2½ liter per larutan.

—T_1, T_2, T_3 dan T_4 adalah kran dua jalan (doubleahlique two way stacocks) sedang T_5 dan T_6 adalah kran satu jalan (single way stopcocks).

6.2.2.2 Pereaksi yang dipergunakan harus dari mutu pro analisa

—Kupri oksida, lolos saringan 8 mesh tetapi tertahan oleh saringan 16 mesh.

—Aluminium oksida yang telah diaktifkan, lolos saringan 14 mesh tetapi tertahan oleh saringan 22 mesh.

—Mangan dioksida, lolos saringan 14 mesh tetapi tertahan saringan 22 mesh.

—Palladons chloride, lolos saringan 6 mesh dan tertahan saringan 12 mesh. Bahan halus yang tidak memenuhi spesifikasi ini bisa dilarutkan dalam asam hidrokhlorida pekat d = 1,18 diuapkan sampai kering dan kemudian dipecahkan menurut ukuran yang dikehendaki.

—Larutan di Sodium tetraborate 0,005N.

—Larutan asam khlorida 0,005N.

—Larutan penunjuk campuran.
Netill merah dan Metilen biru.
Larutan 0,5 g water soluble methyl red (tepung halus) dalam 250 ml 95% (V/V) ethanol.
Larutan 0,25 g methylene blue dalam 250 ml 95% (V/V) ethanol.
Simpan kedua larutan sendiri-sendiri dan campur 1 : 1 pada waktu mau dipergunakan.

6.2.3 Cara Kerja :

6.2.3.1 Penyimpan alat

—Bubler A diisi dengan air setinggi 60 mm.

—Cupric oxide tube B salah satu sisinya disumbat dengan wool gelas dan diisi dengan kuprikoksida.
Ketok untuk mencegah terjadinya saluran dan sumbat sisi lainnya.

6.2.2 Alat dan Pereaksi

6.2.2.1 Alat seperti terlihat adalam gambar 7 terdiri dari :

—Buble tube A, diisi dengan air.

—Combution tube B, panjang 250 mm diisi dengan kupri oksida dan dipasang pada pemanas listrik yang suhunya dapat diatur 240 — 260°C.

—Drying tube C, panjang 250 mm, diisi dengan Aluminium oxide yang telah diaktifkan.

—Buble tube D, diisi dengan air.

—Tube E, panjang 250 mm, diisi dengan mangan-oksida.

—Absorption tube F, tinggi 50 mm, diameter dalam dari lengan yang besar 8 mm dilengkapi keran T_5 dan T_6, diisi dengan Palladons chloride dan dipasang pada pemanas listrik yang suhunya dapat diatur pada 180 — 200°C.

—Trap G

—Spiral absorber H yang ukurannya tertera dalam gambar 8.

—Integral wet gas meter.
2½ liter per larutan.

—T_1, T_2, T_3 dan T_4 adalah kran dua jalan (doubleahlique two way stacocks) sedang T_5 dan T_6 adalah kran satu jalan (single way stopcocks).

6.2.2.2 Pereaksi yang dipergunakan harus dari mutu pro analisa

—Kupri oksida, lolos saringan 8 mesh tetapi tertahan oleh saringan 16 mesh.

—Aluminium oksida yang telah diaktifkan, lolos saringan 14 mesh tetapi tertahan oleh saringan 22 mesh.

—Mangan dioksida, lolos saringan 14 mesh tetapi tertahan saringan 22 mesh.

—Palladons chloride, lolos saringan 6 mesh dan tertahan saringan 12 mesh. Bahan halus yang tidak memenuhi spesifikasi ini bisa dilarutkan dalam asam hidrokhlorida pekat d = 1,18 diuapkan sampai kering dan kemudian dipecahkan menurut ukuran yang dikehendaki.

—Larutan di Sodium tetraborate 0,005N.

—Larutan asam khlorida 0,005N.

—Larutan penunjuk campuran.
Netill merah dan Metilen biru.
Larutan 0,5 g water soluble methyl red (tepung halus) dalam 250 ml 95% (V/V) ethanol.
Larutan 0,25 g methylene blue dalam 250 ml 95% (V/V) ethanol.
Simpan kedua larutan sendiri-sendiri dan campur 1 : 1 pada waktu mau dipergunakan.

6.2.3 Cara Kerja :

6.2.3.1 Penyimpan alat

—Bubler A diisi dengan air setinggi 60 mm.

—Cupric oxide tube B salah satu sisinya disumbat dengan wool gelas dan diisi dengan kuprikoksida.
Ketok untuk mencegah terjadinya saluran dan sumbat sisi lainnya.

—Aluminium oxida tube C salah satu sisinya disumbat dengan wool gelas dan diisi dengan aluminium oksida. Ketok untuk mencegah adanya saluran dan sisi lainnya disumbat.

—Aluminium oxide tube C diaktifkan dengan menempatkannya dalam tube furnace.
Panasi 250 — 280°C dengan melakukan nitrogen kering atau argon dengan kecepatan 50 liter per jam.
Setelah dua jam, singkirkan aluminium oxide tube C dari furnace dan dibiarkan dingin dengan melakukan gas sebelum dipasang kembali dalam alat tersebut.

—Manganous oxide tube E disumbat salah satu sisinya dengan wool gelas dan diisi dengan manganese dioxide.
Ketok untuk mencegah timbulnya saluran dan sumbat sisi lainnya.

—Manganese oxide dalam tube E direduksi dengan menempatkan dalam sebuah tube furnace pada suhu kamar. Lalukan aliran hidrogen melewatinya pada kecepatan 20 liter per jam dan panaskan 480 — 500°C selama 4 — 5 jam.
Matikan tube furnace dan ganti hidrogen dengan nitrogen atau argon sampai tube E dingin. Tempatkan kembali dalam alat dengan hati-hati untuk mencegah masuknya udara.

—Bubler D diisi dengan air setinggi 60 mm.

—Palladous chlorida tube F dipatahkan pada bagian atas lengan besar. Masukkan sumbat wool gelas pada dasarnya dan isi dengan Palladous chlorida. Taruh sumbat wool gelas di bagian atas tube dan kemudian disambung dengan pecahan aslinya dengan peleburan. Tempatkan kembali dalam alat tersebut.

—Hidupkan Palladous chlorida tube heater dan atur suhu furnace menjadi 180 — 200°C.

—Hidupkan cupric oxide tube heater dan atur suhu furnace menjadi 240 — 260°C.

6.2.3.2 Pengujian blanko dari alat

—Hubungkan tempat gas contoh ke kran pemasukan T_1. Putar kran T_1 untuk melewatkan gas melalui bubbler A dan atur aliran gas kira-kira 5 liter per jam. Putar kran T_1 untuk melewatkan gas kekeran T_2.

—Putar keran T_2 untuk melewatkan gas melalui Cupric Oxide tube B dan putar kran T_3 untuk melewatkan gas melalui alumina drying tube C ke T_4.

—Buka keran T_4 ke bubbler D dan keluarkan ke atmosfir.

—Setelah 10 menit putar keran T_2 dan T_3 untuk membersihkan pipa-pipa yang bersambungan.

—Setelah lima menit buka keran dan 6 pada palladons chloride tube F dan putar keran T_4 sehingga gas dapat melewati manganous oxide tube E dan palladons Chloride tube F.

—Spiral absorber H diisi dengan 20,0 ml larutan disodium tetraborate dan lakukan 25 liter aliran gas yang telah dimumikan.

—Singkirkan spiral absorber dan isinya dititar dengan larutan asam hidrochlorida menggunakan larutan penunjuk campuran.

–Adakan titrasi 20,0 ml larutan disodium tetraborate dengan larutan asam hidrokhloride.

–Jika perbedaan antara kedua titrasi tidak lebih dari 0,5 ml berarti alat dapat dianggap cukup baik.

6.2.3.3 Penetapan

Ulangi pekerjaan yang dilakukan seperti diuraikan dalam 3.2. Kecuali bahwa keran T_2 T_3 digunakan sehingga aliran gas melewati cupric oxide tube B.

6.2.4 Cara menyatakan hasil

Kadar hidrogen, parts per million by volume pada 15°C dan 760 mm Hg.

$$= \frac{(V_6 - V_7)}{V_8} \times 59 \times \frac{273 + t}{288} \times \frac{760}{P}$$

di mana :

V_6 adalah volume asam hidroklorida yang dipergunakan untuk menitar 20,0 ml 0,005N disodium tetraborate (dalam mililiter).

V_7 adalah volume asam hidroklorida yang dipergunakan untuk menitar sisa larutan 0,005 N disodium tetraborate dalam penyerap setelah penetapan (dalam mililiter).

V_8 adalah volume gas contoh yang dilakukan melewati penyerap (dalam liter).

t = adalah rata-rata dari gas yang melewati gas meter (dalam derajat Celcius).

P : adalah tekanan barometer selama penetapan (dalam milimeter Hg).

Catatan :

Faktor 59 yang dipergunakan dalam perhitungan di atas didapat sebagai berikut :

1 ml 0,005 N larutan disodium tetraborate setara ;

$(\frac{0,005}{11000} \times 1)$ g hidrogen.

Karena pada 0°C dan 760 mm Hg tekanan 2 g hidrogen menempati 22,4 liter.

1 ml 0,005N larutan disodium tetraborate setara:

$(\frac{0,005}{1000} \times 1 \times \frac{22,4}{2})$ liter hidrogen pada s.t.p. yakni pada 15°C dan 760 mmHg.

1 ml 0,005N larutan disodium tetraborate setara :

$(\frac{0,005}{1000} \times 1 \times \frac{22,4}{2} \times \frac{288}{273})$ liter hidrogen

yakni (59×10^{-8}) liter.

6.3 Penetapan Karbon Dioksida sebagai senyawa Karbon lain dalam Gas Nitrogen.

6.3.1 Dasar/Garis besar.

Gas dilarutkan dalam furnace tube berisi tembaga oksida pada 600 – 650°C sehingga senyawa karbon berubah menjadi karbon dioksida.

Karbon dioksida yang terbentuk diserap oleh larutan Barium Hidroksida berlebihan. Kelebihan Barium Hidroksida ditentukan dengan titrasi menggunakan larutan standar asam hidrokhlorida.

6.3.2 Alat dan Pereaksi

6.3.2.1 Alat seperti terlihat pada gambar yang terdiri :

—Silica furnace tube dengan diameter luar 25 mm dan berisi Arniel catalyst panjang 150 mm.

—Electric furnace, yang suhunya dipertahankan 600 — 650°C.

—Spiral Abosrber seperti Gambar 8.

—Intergrating wet gas meter, 2½ liter perputaran.

6.3.2.2 Pereaksi yang dipergunakan harus dari mutu pro analisa

—Larutan Barium Hidroksida lebih kurang 0,02N. Larutan ini harus dilindungi terhadap karbon dioksida dari udara dengan menyimpannya di bawah nitrogen.

—Larutan penunjuk Thymol Blue 0,4 g per liter.

—Nitrogen bebas hidrokarbon dan karbon dioksida. Disiapkan dengan melakukan gas tersebut melalui furnace tube sama seperti yang dipergunakan dalam penetapan dan karbon dioksida yang terbentuk diserap dalam air kapur.

—Arniel catalyts.
Ada beberapa cara untuk menyiapkan pereaksi ini, tetapi dianjurkan cara berikut :
Larutan 1,4 gram electrolytic iron powder dalam asam nitrat pekat dan uapkan larutan tersebut sampai hampir kering.
Hasil Ferri Nitrat yang diperoleh dilarutkan dalam 100 ml air dan larutan ini dicampur dengan 198 gram/cupri oksida tepung, dan saring melalui saringan 200 mesh 50 gram kaolin dan 3 gram tepung Natrium silikat. Tambahan air sampai terbentuk pasta yang lunak ditekan melalui nozzle 5 mm (extrude trugh @ 5 mm nozzle), dan hasilnya dikeringkan pada suhu 110°C.
Patah-patahan dengan panjang lebih kurang 6 mm dan panasi pada suhu 900°C.

6.3.3 Cara kerja.

6.3.3.1 Penyiapan penyerap

Untuk meyakinkan bahwa penyerap dan air bebas dari kotoran yang bersifat asam, taruh 10 ml air dalam penyerap lakukan nitrogen pereaksi melalui penyerap dan kemudian 2 — 3 tetes larutan penunjuk. Pada penambahan 1 tetes larutan Barium Hidroksida warna berubah biru ungu.

Catatan :
Jika larutan tidak berubah biru ungu, penyerap dibersihkan lagi sebaik-baiknya dan diuji kembali.

6.3.3.2 Standardisasi

Tambahkan 20,0 ml larutan barium hidroksida pelan-pelan ke dalam penyerap dari sebuah buret.
Pertahankan aliran nitrogen pereaksi, bilasi mulut penyerap dengan air dan isinya, dititrasi dengan larutan asam hidrokhlorida sampai warna tepat berubah.

6.3.3.3 Penegerjaan Blanko

Lakukan nitrogen pereaksi melalui deretan alat tersebut dan atur kecepatan aliran 5 liter per jam.

Bersihkan sistim tersebut benar-benar sampai semua udara hilang.
Kosongkan penyerap tersebut dan isi kembali dengan 20,0 ml larutan barium hidroksida seperti diuraikan di atas dan masukkan sumbat karet ke mulutnya. Segera hubungkan ke dalam deretan analisis seperti Gambar 6.

Catatan :
Harus dicegah dengan hati-hati agar karbon dioksida dari udara tidak tertangkap oleh larutan barium hidroksida dengan mencegah masuknya udara ke dalam penyerap.
Aliran gas melalui penyerap diatur 5 liter per jam.
Catat pembacaan mulai dari meter dan nitrogen pereaksi dilakukan terus selama 16 jam. Pada akhir dari saat ini meter dibaca kembali, singkirkan penyerap dari rentetan sistim tersebut dan cairkan pada lengan-lengannya dicuci dengan air. Isi dititrasi dengan larutan asam hidrochlorida, sambil aliran nitrogen pereaksi melalui penyerap tetap dipertahankan. Perbedaan titrasi antara standardisasi dan pengerjaan blanko tidak boleh lebih 0,2 ml 0,2 N larutan asam hidrokhlorida.
Bila nilai ini dilampaui :
a) Periksa adanya kebocoran pada alat.
b) Aktifkan kembali katalis dengan reduksi reoksidasi.

6.3.3.4 Penetapan

Kerjakan seperti pada pengerjaan blanko, tetapi nitrogen pereaksi diganti dengan contoh.
Tetapkan suhu dan tekanan barometer rata-rata selama 16 jam aliran contoh, dengan suatu alat yang sesuai.

6.3.4 Cara menyatakan hasil

Kadar senyawa karbon total dinyatakan sebagai karbon dioksida parts per million by volume pada 15°C dan 760 mm Hg.

$$= \frac{V_3 - V_4}{V_5} \times 236 \times \frac{273 + t}{288} \times \frac{760}{P}$$

Di mana :

V_3 : adalah volume asam hydrokhlorida 0,02 N yang dipergunakan pada blanko (dalam mililiter)

V_4 : adalah volume asam hydrokhlorida 0,02 N yang dipergunakan pada penetapan (dalam nilai liter).

V_5 : adalah volume contoh yang dilakukan (dalam liter).

t : adalah suhu rata-rata dari gas yang melalui pengukur gas (dalam derajat Celsius).

P : adalah tekanan barometer rata-rata selama penetapan (dalam milimeter Hg) dikurang tekanan uap cair pada suhu t (dalam milimeter Hg).

Catatan :

Faktor 236 yang dipergunakan pada perhitungan di atas diperoleh sebagai berikut :

1 ml 0,02 N Larutan barium hidroksida setara dengan :

$$\left(\frac{0,02}{1000} \times \frac{44}{2}\right) \text{ gram karbon dioksida}$$

Karena pada 0°C dan 760 mm Hg.
44 gram karbon dioksida menempati 22,4 liter.
1 ml 0,02 N larutan barium hidroksida setara dengan :

$(\frac{0,02}{1000} \times \frac{44}{2} \times \frac{22,4}{44})$ liter karbon dioksida pada s.t.p. yakni pada 15°C dan 760 mm Hg.

1 ml 0,02 N larutan barium hidroksida setara dengan :

$(\frac{0,02}{1000} \times \frac{44}{2} \times \frac{22,4}{44} \times \frac{238}{273})$

liter karbon dioksida yakni (236×10^{-4}) liter.

6.4 Penetapan Kadar Air dalam Gas Nitrogen

6.4.1 Dasar/Garis besar

Air yang terkandung dalam sejumlah volume contoh dibekukan pada suhu oksigen cair, es yang terbentuk diuapkan ke dalam ruangan vacuum yang diketahui volumenya, dan tekanan yang timbul diukur dengan oil filled manometer. Kadar air ditunjukkan oleh suatu skala yang telah dikalibrasi dalam bentuk tekanan yang terjadi pada manometer minyak.

6.4.2 Alat yang dipergunakan digambarkan dalam diagram 12 dan 13 terdiri dari :

- Oil filled by-passbubbler A
- Ice tube C
- Vacum pump B
- Liquid oxygen bath D
- Oil filled capllary manometer E
- Integrating wet gas meter 2½ liter perputaran.

Catatan :

Untuk mendapatkan hasil yang diteliti gunakan pompa vakum tinggi tingkat dua yang terpelihara baik yang mampu menghasilkan vakum sekurang-kurangnya 0,001 mm Hg.
Penting diusahakan agar keran diberi gemuk sebaik mungkin dan usahakan jangan sampai gemuk berlebihan dan memasuki tabung kapiler dan menyebabkan kemacetan.
Soft grease seperti silicon grease jangan dipakai.

Penting :
Keran T_3 harus selalu dibuka bilamana membuka T_1 dan T_2 kalau tidak minyak dari manometer akan keluar.
Gunakan minyak pompa vakum tinggi untuk manometer dan by pass bubble.

6.4.3 Cara Kerja

6.4.3.1 Kalibrasi alat

Untuk menetapkan volume dari tabung es, manifold dan manometer alat dihampakan dengan pompa dengan menutup T_1 dan membuka T_2. Sambungkan buret gas berskala 0,1 ml yang telah diberi botol perata air ke cabang pada keran T_2 menuju pengukur gas samakan permukaan air dalam buret dan botol perata permukaan dan baca volume udara dalam buret (kira-kira 20 ml).
Buka keran T_2 pelan-pelan dan biarkan udara masuk ke dalam alat. Sama-

kan kembali permukaan air dalam buret dan botol perata dan baca sisa volume udara dalam buret.
Dari beda pembacaan hitunglah volume keseluruhan dari alat tersebut (V_{12} ml).
Hitung volume ruangan permukaan minyak di cabang kanan dari manometer bila keran T_3 dibuka, dari diameter kapiler yang telah diketahui dan pengukuran panjang cabang tersebut (V_{13} ml).

6.4.3.2 Perhitungan tetapan kalibrasi

Tetapan kalibrasi dihitung sebagai milimeter pemindahan minyak manometer disebabkan oleh 1 ml uap air, yakni volume uap air yang didapat dari 1 liter gas yang mengandung air didapat dari 1 liter gas yang mengandung air sebanyak 1 part/million by volume.

$$K = \frac{1 \times 10^{-3}}{V_{12} - V_{13}} \times \frac{13,50}{d} \times \frac{760}{1} \times \frac{273 + t}{273}$$

$$K = \frac{1 \times 10^{-3}}{V_{12} - V_{13}} \times \frac{13,50}{d} \times \frac{760}{1} \times \frac{273 + t}{273}$$

Yang disederhanakan menjadi :

$$K = \frac{10,31}{d(V_{12} - V_{13})} \times \frac{273 + t}{273}$$

Di mana d adalah densiti relatif dari minyak manometer pada 15°C, t adalah suhu ruang dalam derajat celcius.
Jika densiti relatif dari minyak 0,90 maka menjadi :

$$K = \frac{11,45}{(V_{12} - V_{13})} \times \frac{273 + t}{273}$$

6.4.3.3 Penetapan :

- Yakinkan bahwa alat betul-betul tidak bocor dengan menutup T_1, membuka T_3 dan menghubungkan T_2 ke pompa vakum, dan sistem tersebut dihampakan selama ½ menit.
- Tutup T_2, tutup T_3 dan amati minyak dalam manometer tidak boleh ada gerakan, jika pada cabang kanan minyak turun berarti ada kebocoran pada keran T_3.
  Jika minyak turun dalam cabang kiri berarti ada kebocoran pada T_1 dan T_2.
- Sambungkan silinder nitrogen yang akan diuji ke alat menggunakan tabung kapiler, tembaga dan keran pengatur yang halus. Biarkan aliran nitrogen keluar ke atmosfir melalui by pass bubbler A. Untuk membersihkan tabung sambungan (kran T_1 ditutup).
- Hampakan kembali alat tersebut dengan menutup T_1 dan membuka T_3 dan setelah ½ menit T_2 ditutup.
- Hentikan vakum dengan membuka T_1 ke sistem tersebut dan nitrogen tetap keluar melalui by pass bubbler A.
- Dinginkan ice tube C dengan menaikkan liquid oxygen bath D.
- Buka keran T_2 ke pengukur gas dan lakukan satu liter nitrogen dengan kecepatan tidak lebih dari 75 liter/jam.

—Tutup T_2 dan T_1 setelah satu liter berlalu.
Kadar air yang ada dalam gas akan tertahan dalam bentuk es di ice tube C.

—Buka T_2 ke pompa vakum selama ½ menit untuk menghilangkan nitrogen sisa dan kemudian T_2 ditutup.

—Keran manometer T_2 ditutup dan liquid oxygen bath D diturunkan.

—Tabung C dilindungi dengan air pada suhu ruang dan oil manometer diamati.
Jika terdapat karbon dioksida maka akan terlihat adanya penambahan tekanan secara cepat dalam oil manometer (hasil pembacaan S) penambahan tekanan tingkat demi tingkat merupakan timbulnya uap air; dibiarkan sampai mencapai maksimum (3—5 menit). (hasil pembacaan F).
Untuk uji berikutnya, mulai lagi dari 3.3.3.

6.4.4 Cara menyatakan hasil

Kadar air dihitung part per million by volume.

$$= \frac{(F - S)}{K \times V_{14}}$$

Di mana :

K adalah tetapan kalibrasi
V_{14} adalah contoh yang dipergunakan (dalam liter).

6.5 Cara penetapan kadar oxygen dari nitrogen jenis II

6.5.1 Garis besar

Oxygen dalam contoh yang sudah diukur, diserap dalam larutan chlorida chrom yang volumenya sudah diketahui. Larutan ini ditambahkan untuk melebihkan larutan ferri amonium suphate dan dititrasi kembali dengan larutan dichromate potassium standar untuk memberikan jumlah chrom trichlorida yang terpakai, dari mana kadar oxygen dihitung.

6.5.2 Alat-alat (Gambar 9) terdiri atas

A) Tabung air raksa (300 mm x 25 mm).
B) Penangkap (trap) (150 mm x 25 mm)
C) Alat penghilang gelembung berisi pereaksi asam sulphur chrom
D) Penyerap spiral (Gambar 11).
E) Penyerap oxygen dengan perositas piring, tingkat No. 2.
F) Pipet pengukur, kapasitas 10 ml dan dihubungkan dengan penyerap oxygen tersebut di atas dengan keran penutup T_{10} (Gambar 10).
G) Aspirator kapasitas 1 liter untuk chlorida chrom.
H) Tabung pemisah berbentuk silinder, kapasitas 1 liter untuk seng amalgam.
I) Alat penghilang gelembung yang memakai air raksa.
J) Tabung tekanan.
K) Botol konis, kapasitas 100 ml lengkap dengan tempat masuk pencucian (Purginginlet).
L) Meteran gas basah yang territegrasi, 2,5 liter setiap putaran.
T_5, T_7, dan T_{11} diameter dalam tunggal (single bore).
T_1, T_9 dan T_{10} lubang serong ganda (doble obligue), keran penutup 2 arah.
T_2, T_3, T_4, T_6, dan T_8 adalah keran penutup 3 arah.

6.5.3 Pereaksi :

Harus mempunyai mutu pereaksi analitis yang mudah dikenal. Air yang dipakai harus memenuhi syarat air laboratorium (BS 3978).

6.5.3.1 Seng amalgam persiapan larutan amalgam dengan melarutkan 200 g nitrat air raksa Hg $(NO_3)_2$ H_2O dalam 900 ml air, tambahkan asam nitric pekat secukupnya untuk mendapat larutan yang bening. Isikan larutan amalgam pada 1000 gr butir-butir seng yang terdapat dalam tabung pemisah (dengan isi 2000 ml), dan biarkan selama 15 — 20 menit, kocok sekali-sekali. Alirkan larutan dan cucian seng dengan air sampai air pencuci tidak lagi turbid. Simpanlah seng amalgam dalam air.

6.5.3.2 Pereaksi asam sulphuric chrom. Jernihkan asam sulphur pekat yang dingin (d = 1,84) dengan dichremat ptasium.

6.5.3.3 Larutkan pengikis chlorida chrom. Larutkanlah 80 g hexahydrate chlorida chrom $C_rCl_3 . 6H_2O$ dalam 160 ml air dan 10 ml asam hydrochloric (d = 1,18).
Didihkanlah larutan ini kemudian dinginkan dan tambahkan air sampai menjadi 200 ml.

6.5.3.4 Larutan penguji chlorida chrom. Larutkan 2,4 g hexahydrate chlorida chrom $C_rCl_2 . 6H_2O$ dalam 600 ml air suling, tambahkan 40 ml asam hydrochloric (d = 1,18) dan didihkanlah.
Dinginkanlah sampai kira-kira 40°C dan cairkan dengan air sampai menjadi 800 ml.

6.5.3.5 Asam sulphur ± larutan 2N.

6.5.3.6 Larutan sulphate ferric amonium

Larutkanlah 5 g sulphate ferric amonium $(NH_4)_2$ $SO_4 . Fe_2$ $(SO_4)_3$ 24 H_2O dalam 490 ml air yang sebelumnya sudah dibersihkan selama 30 menit dengan oxygen bebas nitrogen jenis 2. Didihkan dan larutkan kembali precipilate dengan cairan asam sulphur. Lanjutkanlah pembersihan selama pendinginan dan buatlah sampai 500 ml dengan air. Simpanlah larutan ini dalam botol tertutup.

6.5.3.7 Dichromate Potassium, larutan 0,01 N.

6.5.3.8 Larutan indikator asam Phenylanthranilic N dalam 20 ml dari pada 50 g/l larutan carbonat sodium dan encerkan dengan air sampai 1000 ml.

6.5.4 Persiapan alat-alat

6.5.4.1 Persiapan-persiapan pendahuluan

- Isilah tabung (A) dengan air raksa sampai ketinggian 75 mm.
- Isilah penghilang gelembung (C) setengahnya dengan pereaksi asam sulphur chrom.
- Isilah ¾ bagian spiral alat penyerap (D) dengan seng amalgam dan tambahkan larutan pengikis chlorida chrom sampai seng itu tertutup (kira-kira 60 ml).
  Larutan chlorida chrom dibiarkan tetap berhubungan dengan seng amalgam sampai menjadi chlorida chrom, disyaratkan paling sedikit 12 jam.

– Isilah ¾ tabung pemisah yang berbentuk silinder (H) dengan seng amalgam dan tuangkan dengan larutan penguji chlorida chrom sampai seng amalgam tertutup.
Larutan chlorida chrom dibiarkan tetap berhubungan dengan seng amalgam sampai menjadi chlorida chrom dengan syarat minimum 12 jam.

6.5.4.2 Membersihkan alat-alat secara bertahap dengan memakai gas contoh yang telah dimurnikan dengan mengalirkan melalui pereaksi asam sulphur chrom dalam C dan larutan chlorida chrom dalam D.

– Tahap 1
Sambunglah keran penutup T_1 ke suplai gas contoh tapi dalam keadaan tertutup. Aturlah keran penutup lainnya sebagai berikut :
T_2 untuk mengalirkan gas melalui D.
T_3 untuk menghubungkan spiral dengan badan D.
T_4 untuk mengalirkan gas turun melalui F.
T_{10} untuk mengalirkan gas dari F.
T_5 terbuka.
T_6 terbuka ke udara luar.
T_7, T_8, T_9 dan T_{11} tertutup.
Kemudian bukalah keran penutup T_1 dan bersihkanlah alat-alat selama 30 menit.

– Tahap 2
Dengan keran penutup T_8 dan T_{11} tertutup aturlah keran penutup T_9 untuk menghubungkan E dengan T_6 melalui T_9 ; aturlah T_6 untuk menghubungkan pipa-pipa dengan T_9 dengan udara luar (dan G tidak terbuka ke udara luar) bersihkan selama 5 menit.

– Tahap 3.
Tutuplah keran penutup T_6 dengan memutar 45° dan kemudian aturlah keran penutup T_9 dan T_8 sehingga gas yang sudah dibersihkan keluar melalui tabung J, bersihkan selama 5 menit.

– Tahap 4.
Aturlah keran penutup T_8 untuk menghubungkan I dengan J, bukalah keran penutup T_7 untuk mengalirkan gas yang sudah bersih melalui H ke J.
Bersihkan selama 30 menit.

6.5.5 Pemindahan larutan penguji

Tutuplah keran penutup T_5 atur keran penutup T_8 untuk tak melewati J dan hubungilah I dengan keran penutup T_9.
Awasilah aliran larutan-larutan pengujian chlorida chrom dari H ke G dengan membuka keran penutup T_6 ke udara luar.
Bila G setengah terisi tutuplah keran penutup T_6 dan T_7.
Sekarang alat-alat sudah siap pakai.
Pengujian alat-alat agar bebas bocoran.
Mengujikan alat-alat bebas dari bocoran dilakukan sebelum tuap-tiap seri pengujian. Penetapan dilakukan atas jumlah oxygen yang terserap selama aliran baik yang 5 menit maupun yang 30 menit daripada gas contoh yang telah diuraikan; jika kedua penetapan itu menghasilkan titrasi yang sama maka alat-alat bebas bocoran.
Penetapan-penetapan ini dilakukan mengikuti petunjuk yang diberikan untuk

penetapan, kecuali aliran gas pada periode kedua selama 30 menit dan selama perioda ini aliran dibebaskan dari oxygen oleh larutan chlorida chrom dalam D.

6.5.6 Cara pelaksanaan

6.5.6.1 Pemindahan larutan pengujian

- Bukalah keran penutup T_{11} untuk mengalirkan gas melalui alat pengukur.
- Setelah 5 menit, putarlah keran penutup T_4 untuk mendapat sambungan dengan semua saluran.
- Hubungkanlah aspirator (G) dengan keran penutup T_9 dengan memutar keran penutup T_6 dari ke keran penutup T_4 dengan memutus keran penutup T_9 dan alirkanlah larutan penguji chlorida chrom ke dalam alat penyerap oxygen (E) dengan pembuka keran penutup T_5 sampai alat penyerap oxygen (E) mengandung kira-kira 30 ml dan pipet pengukur (F) mengandung 10 ml larutan tersebut. Tutuplah keran penutup T_5.
- Putarlah kran penutup T_4 untuk menghubungkan penghilang gelembung spiral (D) ke pipet pengukur (F) dan perlahan-lahan usahakanlah larutan chlorida chrom masuk kembali ke dalam alat penyerap oxygen (E) dengan menjalankan keran penutup T_{10} sampai permukaan pereaksi berada pada tanda garis 35 ml.
- Putarlah keran penutup T_{10} untuk mengeluarkan pereaksi residu dari pipet pengukur (F).

  Catatan :
  Botol logam K pada tahap ini belum dipasang.

6.5.6.2 Penetapan blangko

- Putarlah keran penutup T_4 dan T_{10} sehingga gas mengalir melalui keran penutup T_{10} dan gelembung melalui larutan pengujian dalam alat penyerap oxygen (E).
- Setelah 5 menit putarlah keran penutup T_4 untuk mendapat sambungan ke semua saluran, tutuplah keran penutup T_{11} dan putarlah keran penutup T_{10} untuk membersihkan pancaran pipet pengukur (F).
- Tempatkanlah botol logam konis (K) yang berisi 25 ml larutan sulphate ferric ammuniom dalam posisi dengan alat pancaran (jot) di bawah permukaan larutan.
  Teruskanlah pembersihan melalui keran penutup T_{10} dan juga alirkanlah nitrogen bebas oksigen jenis dua dari silinder ke tempat masuk pembersihan yang terdapat dalam botol logam konnis. (K) untuk meyakinkan hilangnya semua udara dari atas larutan dalam botol logam.
- Jalankan keran penutup T_4 untuk mendapat sambungan dengan semua saluran dan atur keran penutup T_{10} untuk memungkinkan larutan khlorida chrom meningkat kepada garis tanda dalam pipet (F); kemudian atur keran penutup T_{10} untuk mengalirkan 10 ml larutan ini ke dalam botol logam K.
  Pada tahap penetapan blangko ini lanjutkanlah pada 6.3.1 pada penetapan, sebelum melakukan petunjuk dalam 6.2.5.
- Lepaskan botol logam K dan pindahkanlah padanya 15 ml larutan asam sulfur dan 0,5 larutan indikator gunakan buret 10 ml dengan sekala kecil 0,02 ml/skala titar isi botol logam dengan larutan dichornate potassium.

Catatan :
Bagian pelaksanaan ini hendaklah dilakukan selama jangka waktu 4 jam, lihat dalam 6.3.2.

6.5.6.3 Penetapan :

- Atur keran penutup T_{10}, T_4 dan T_{11} untuk memungkinkan gas mengalir melalui 25 ml residu larutan penguji chlorida chrom dalam E. Atur keran penutup T_2 sehingga aliran gas tidak melewati penyerap D. Aturlah pengukur gas pada pembacaan nol.
- Lanjutkanlah penyaluran gas contoh selama 4 jam dengan kecepatan 6 liter/jam. Pada akhir periode aturlah keran penutup T_2 sehingga aliran gas melalui alat penyerap D. Catatlah pembacaan pada alat pengukur gas.
- Cabut dan titar selanjutnya bagian larutan pengujian chlorida chrom sebanyak 10 ml menurut petunjuk yang diberikan dalam 6.2.2 sampai 6.2.5 tersebut di atas.

6.5.7 Perhitungan.

Kadar oxygen, bagian isi per sejuta (v.p.m.) pada 15°C dan 760 mm Hg.

$$= \frac{V_9 - V_{10}}{V_{11}} \times 148 \times \frac{273 + t}{288} \times \frac{760}{P}$$

V_9 = Volume dalam ml, 0,01N larutan dichromate sodium yang dipakai dalam penetapan blangko.

V_{10} = Volume dalam ml 0,01N larutan dichromate sodium yang dipakai dalam penetapan.

V_{11} = Volume dalam liter dari pada contoh yang lewat.

t = Suhu rata-rata dalam derajat Celcius dari pada gas yang melalui alat pengukur gas.

P = Tekanan berometer rata-rata dalam mm air raksa selama penetapan dikurangi tekanan uap air, dalam mm air raksa pada suhu t.

Catatan :
Faktor 148 yang dipakai dalam perhitungan tersebut di atas di dapat dari hasil sebagai berikut: 1 ml 0,01N larutan dichromate sodium.

$$= \left(\frac{0,01}{1000} \times \frac{16}{2} \right) \text{ g oxygen}$$

Karena pada 0°C dan tekanan 1013 mb (760 mm Hg), maka 32 g oxygen menempati 22,41.
1 ml 0,01N larutan dichromate sodium =

$$\left(\frac{0,01}{1000} \times \frac{16}{2} \times \frac{22,4}{32} \right) 1 \text{ oxygen pada suhu dan tekanan normal (s.t.p).}$$

Yaitu pada 15°C dan tekanan 103 mb (760 mm Hg). 1 ml 0,01N larutan dichromate sodium =

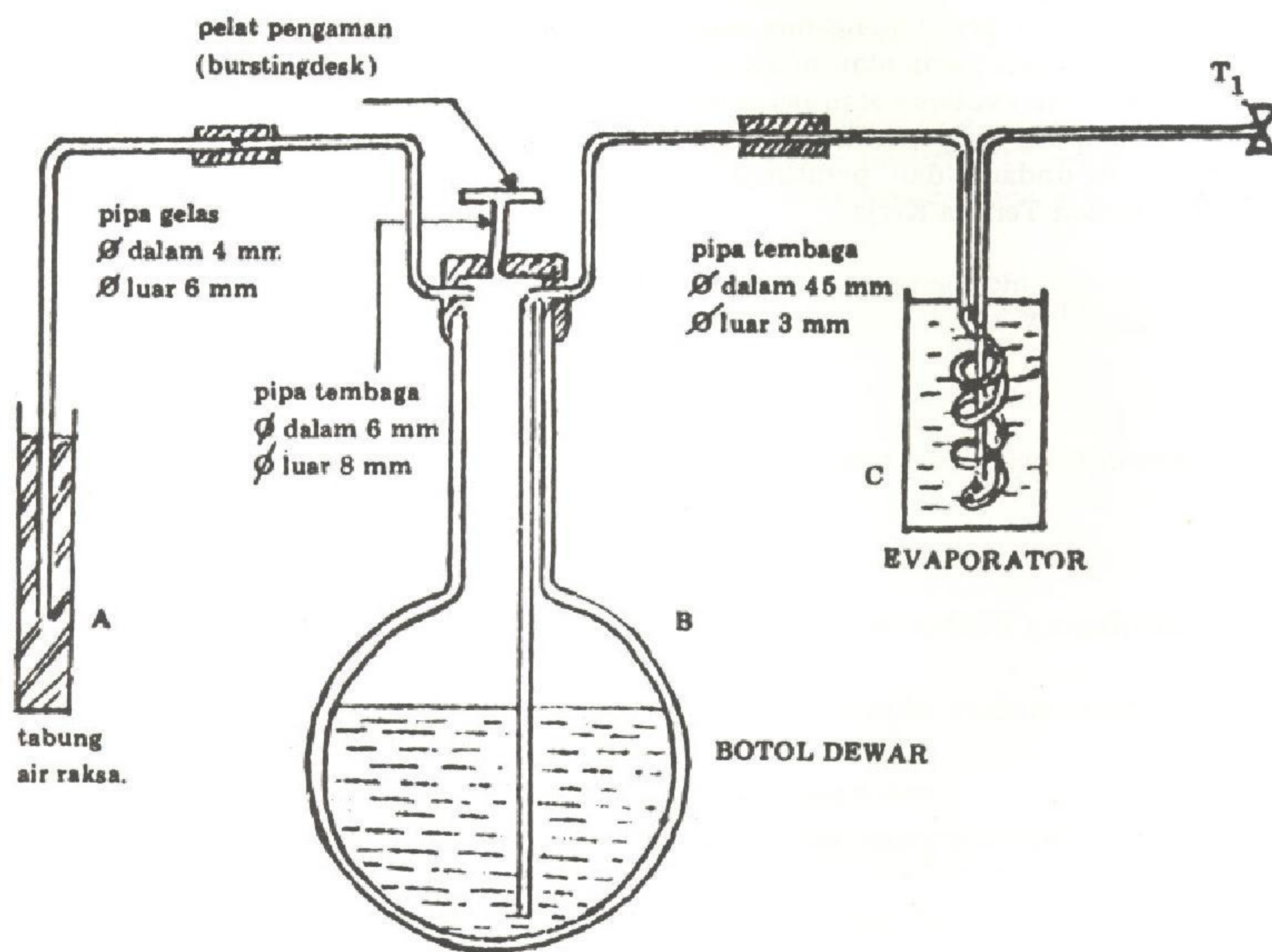
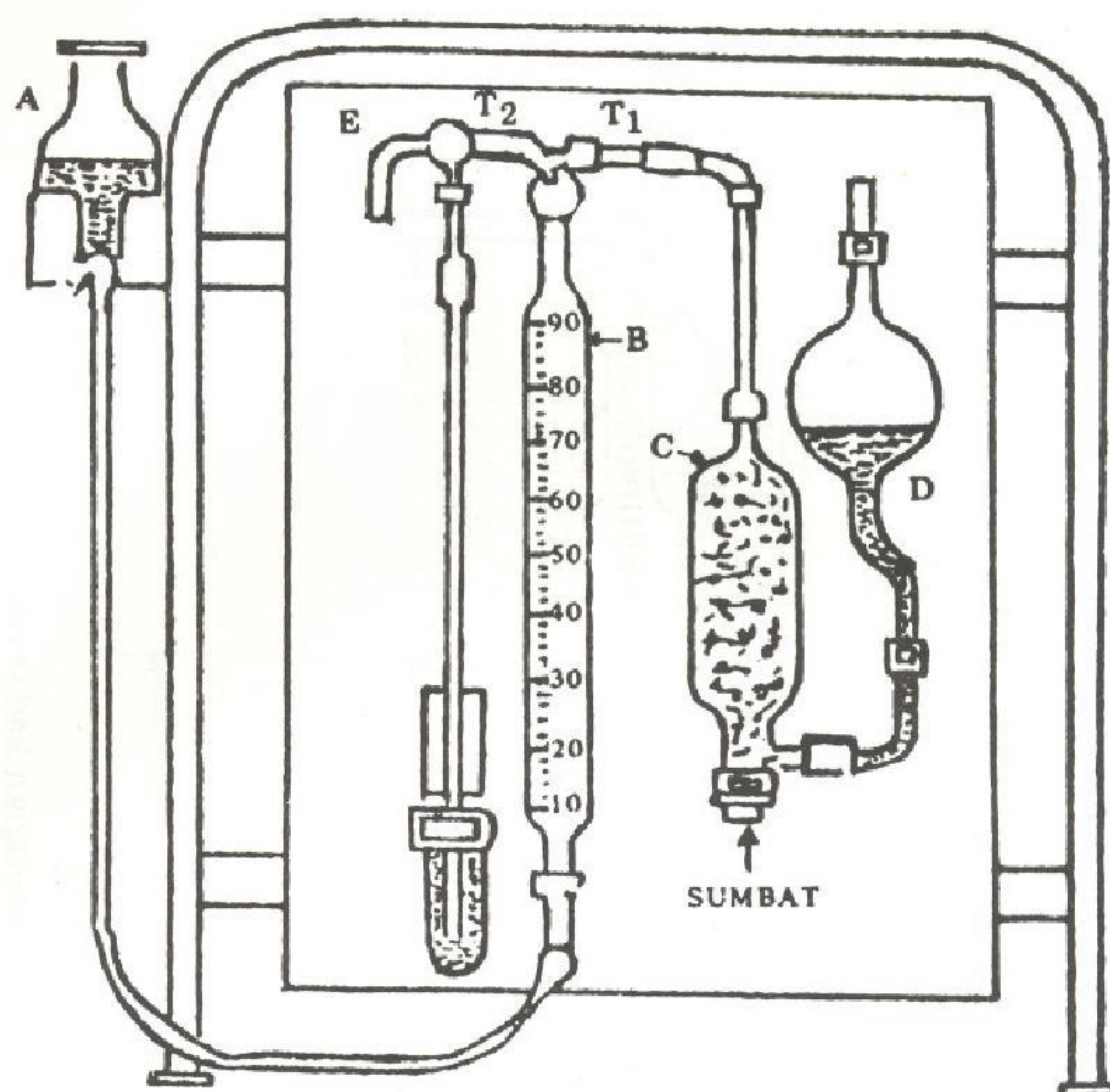
$$\left(\frac{0,01}{1000} \times \frac{16}{2} \times \frac{22,4}{32} \times \frac{288}{273} \right) 1 \text{ oxygen yaitu } (59 \times 10^{-6}) \text{ 1.}$$

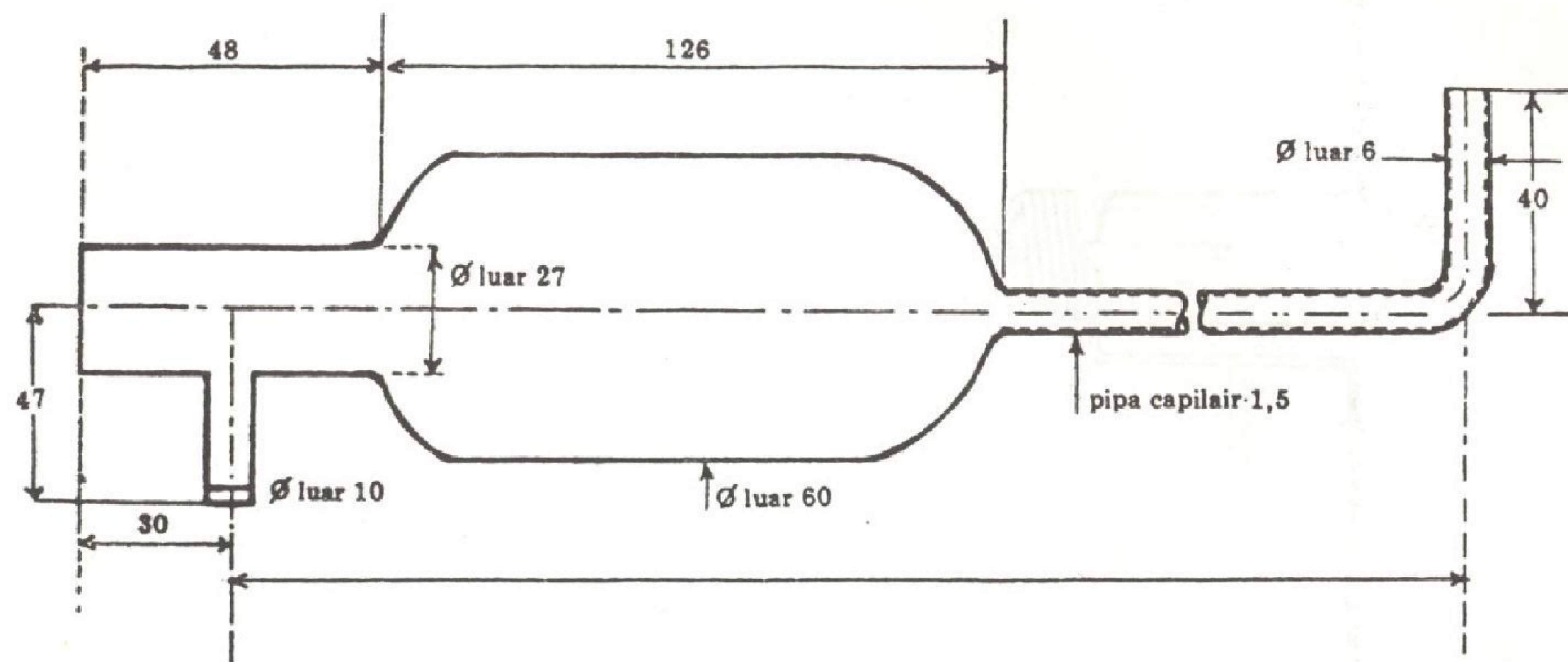
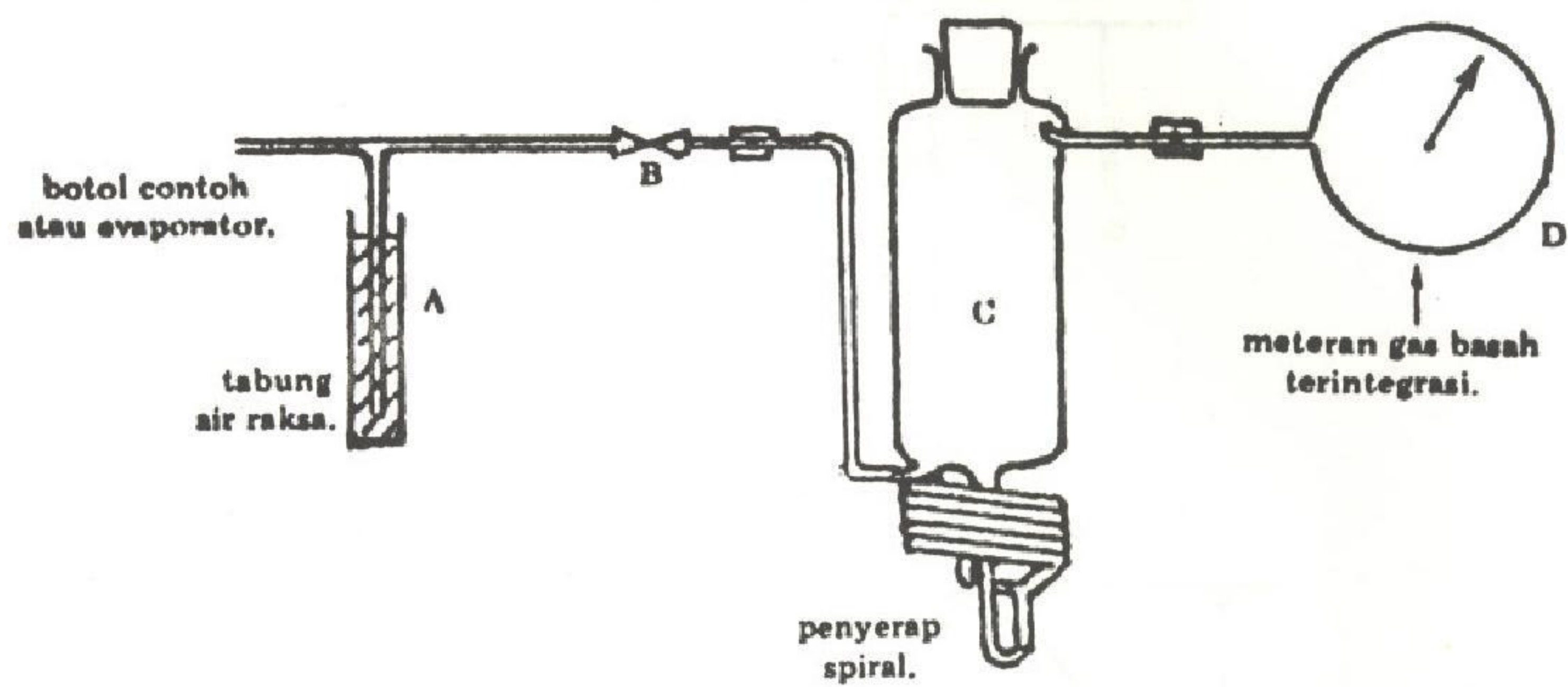
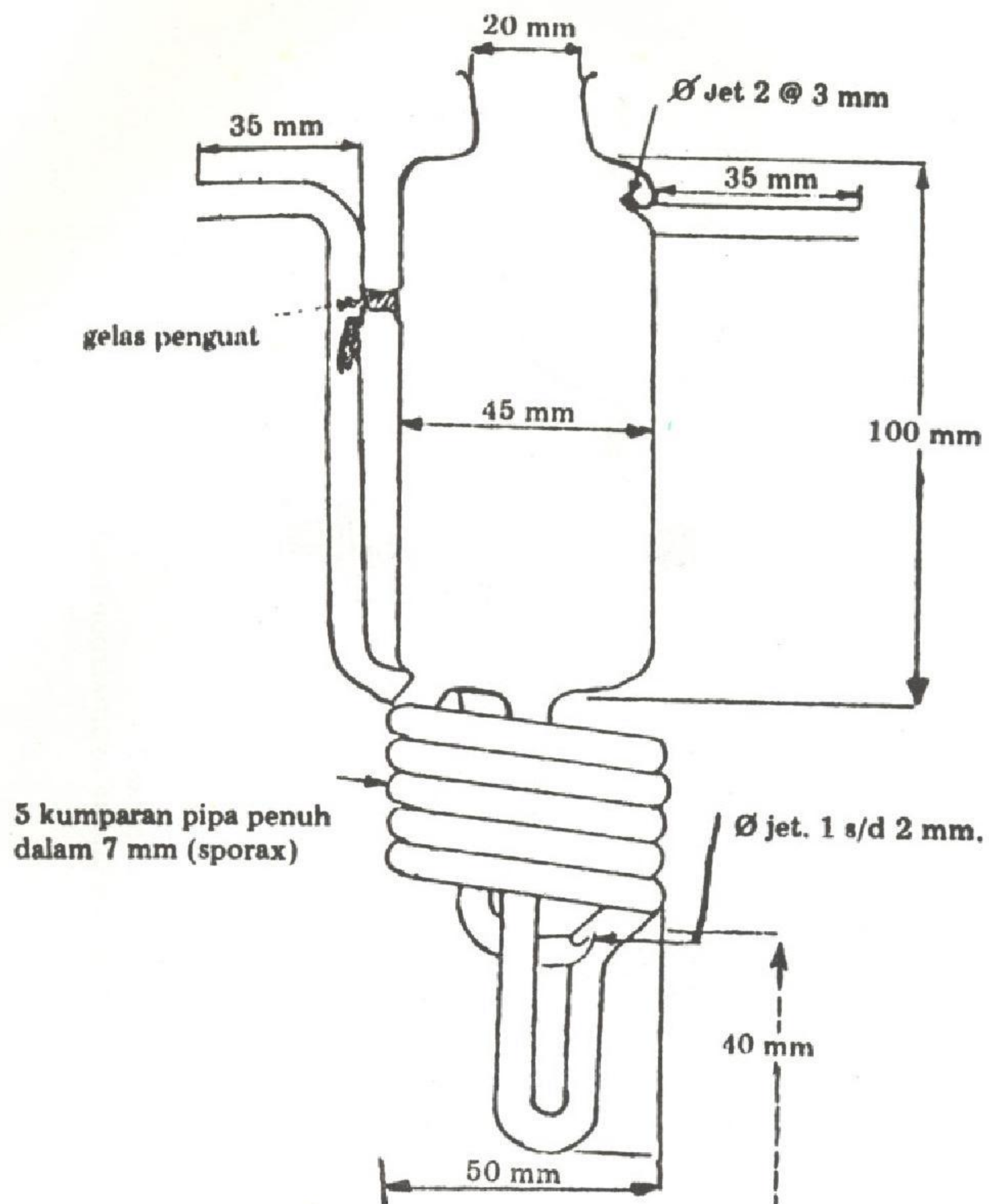
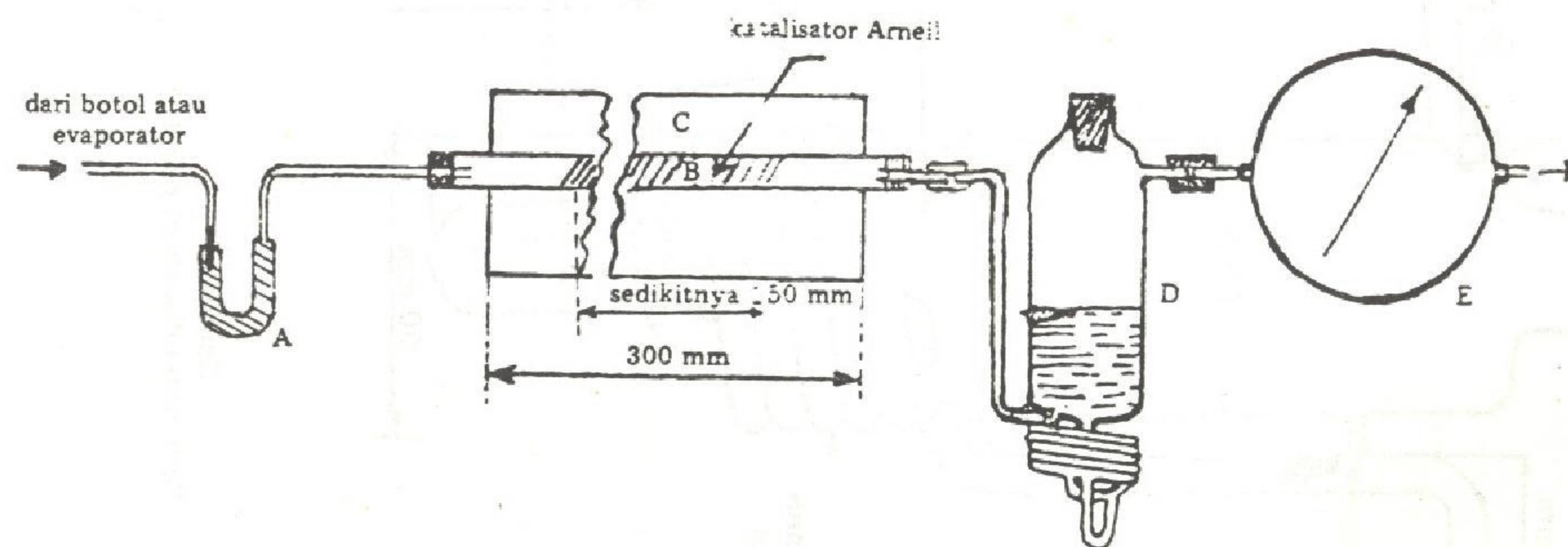
Tapi bahan penyerap yang dititar hanyalah 10 ml dari pada 25 ml, oleh karena itu faktor yang dipakai adalah $59 \times \frac{25}{10}$ yaitu 148.

7. CARA PENGEMASAN

Botol pengemas zat lemas (Nitrogen) harus memenuhi syarat-syarat dalam undang-undang dan peraturan keselamatan kerja yang telah diatur oleh Departemen Tenaga Kerja.

8. SYARAT PENANDAAN

Pada setiap botol pengemas zat lemas (Nitrogen) yang diperdagangkan harus dicantumkan nama atau merk produsen, jenis dan mutu zat lemas yang diisikan, tekanan dan volume atau berat isinya.
Di samping itu penandaan gas-gas industri harus memenuhi syarat-syarat dalam undang-undang dan peraturan keselamatan kerja yang telah diatur oleh Departemen Tenaga Kerja.

Gambar 1
Alat pengubah contoh air menjadi gas.

Gambar 2
Alat untuk menetapkan kadar oksigen

Gambar 3
Burette berskala untuk penetapan kadar oksigen

Gambar 4
Tabung kawat tembaga untuk penetapan kadar oksigen

Gambar 5
Alat untuk menetapkan kadar CO_2.

Gambar 6
Penyerab (absorber) spiral

Gambar 7
Alat untuk menetapkan hydrokarbon total.